

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Youko SUGIO, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: PRODUCTION PROCESS OF 2,7-DIBROMOFLUORENONE

**REQUEST FOR PRIORITY**

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number \_\_\_\_\_, filed \_\_\_\_\_, is claimed pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §120**.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §119(e)**:  
**Application No.** \_\_\_\_\_ **Date Filed** \_\_\_\_\_

- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §119**, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2002-277338	September 24, 2002

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number \_\_\_\_\_  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s) \_\_\_\_\_  
☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

  
\_\_\_\_\_  
Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

C. Irvin McClelland  
Registration Number 21,124

Customer Number

**22850**

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 2 年    9 月 2 4 日  
Date of Application:

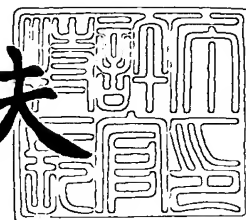
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 2 - 2 7 7 3 3 8  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 2 - 2 7 7 3 3 8 ]

出      願      人                      J F E ケ ミ カ ル 株 式 会 社  
Applicant(s):

2 0 0 3 年    8 月    5 日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出 証 番 号    出 証 特 2 0 0 3 - 3 0 6 2 7 5 3

【書類名】 特許願

【整理番号】 ADK0904

【提出日】 平成14年 9月24日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08G 61/10

【発明の名称】 2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法

【請求項の数】 2

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区九段北四丁目 1-3 アドケムコ株式会社  
社内

【氏名】 杉尾 容子

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区九段北四丁目 1-3 アドケムコ株式会社  
社内

【氏名】 北村 直行

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区九段北四丁目 1-3 アドケムコ株式会社  
社内

【氏名】 森 浩章

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区九段北四丁目 1-3 アドケムコ株式会社  
社内

【氏名】 八谷 哲男

【特許出願人】

【識別番号】 591067794

【氏名又は名称】 アドケムコ株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100077698

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 吉田 勝広

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100098707

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 近藤 利英子

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010135

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9718895

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 苛性アルカリ水溶液と水不溶性有機溶媒からなる不均一系混合溶媒中で、四級アンモニウム塩などの相間移動触媒の存在下、2, 7-ジブロモフルオレン含有原料を分子状酸素で酸化することを特徴とする 2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法。

【請求項 2】 反応で得られた 2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を再結晶で精製し、純度 99 質量%以上の結晶を回収する請求項 1 に記載の 2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、2, 7-ジブロモフルオレンを分子状酸素含有ガスにより、液相酸化して 2, 7-ジブロモフルオレノンを製造する方法に係り、2, 7-ジブロモフルオレン原料から高収率で 2, 7-ジブロモフルオレノンを製造できる方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

2, 7-ジブロモフルオレノンは、農薬、医薬、高機能性高分子、染料、顔料、感光剤などの原料として有用な物質である。そして、2, 7-ジブロモフルオレンを酸化することによって 2, 7-ジブロモフルオレノンを製造できることが知られている。

【0003】

従来より知られている 2, 7-ジブロモフルオレンから 2, 7-ジブロモフルオレノンを製造する方法として、無水クロム酸、硝酸、過マンガン酸カリウム、ニクロム酸カリウムなどによる薬品酸化が知られているが、これらの方法は、生産性の面に加えて、衛生面や環境面で問題があり、2, 7-ジブロモフルオレノ

ンの工業的な製造には不適當である（特許文献1参照）。

【0004】

一方、2, 7-ジブロモフルオレンとp-ジメチルアミノニトロソベンゼンをエタノール中で、触媒として金属ナトリウム若しくはシアン化カリウムの存在下に反応させて2, 7-ジブロモフルオレノンを経製造する方法が知られている（非特許文献1参照）。この方法では、副生成物をさらに原料の2, 7-ジブロモフルオレンとエタノール中で金属ナトリウム触媒下で反応させて、2, 7-ジブロモフルオレンの製造を行っている。しかし、いずれの触媒も高価でかつ取り扱いも困難であり、実用的なプロセスとは言い難い。

【0005】

すなわち、上記公知技術は何れも反応系または触媒の成分が異なるため、以下に詳細説明する本発明とは別のものであり、経済的な製造方法の観点から、必ずしも充分満足し得るものではない。

【0006】

【特許文献1】

特開昭58-177955号公報

【非特許文献1】

A. Novelli, Anales asocn. quim. Argentina, 25, 187(1927).

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、工業的に経済的な2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法を提供することにある。すなわち、重質分などの副生成物がなく、高い転化率で2, 7-ジブロモフルオレンから2, 7-ジブロモフルオレノンを生成させること、および操作性が良く、かつ安価な触媒を使用した2, 7-ジブロモフルオレンの酸化方法を提供することにある。さらに工業的に経済的な精製方法によって、具体的には安価な溶媒を用いた再結晶によって、高純度の精製2, 7-ジブロモフルオレノンを高収率で回収するための2, 7-ジブロモフルオレノン（粗2, 7-ジブロモフルオレノン）を経製造する方法を提供することにある。

【0008】

**【課題を解決するための手段】**

上記目的は以下の本発明によって達成される。すなわち、本発明は、苛性アルカリ水溶液と水不溶性有機溶媒からなる不均一系混合溶媒中で、四級アンモニウム塩などの相間移動触媒の存在下、2, 7-ジブロモフルオレン含有原料を分子状酸素で酸化することを特徴とする2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法を提供する。

また、本発明は、上記反応で得られた2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を再結晶で精製し、純度99質量%以上の結晶を回収する2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法を提供する。

**【0009】****【発明の実施の形態】**

次に好ましい実施の形態を挙げて本発明をさらに詳しく説明する。本発明において原料として用いる2, 7-ジブロモフルオレンについては特に限定はない。ただし、高純度のものが望ましく、2, 7-ジブロモフルオレン含有量が70質量%以上のもの、好ましくは90質量%以上のものを用いる。

**【0010】**

本発明において用いる相間移動触媒は、テトラメチルアンモニウムクロライド、テトラエチルアンモニウムブロマイド、テトラブチルアンモニウムブロマイド、テトラブチルアンモニウムハイドロオキサイド、テトラブチルエチルアンモニウムハイドロオキサイドなどの、四級アンモニウム塩など、また、メチルトリフェニルホスホニウムブロマイド、テトラフェニルホスホニウムブロマイドなどのホスホニウム塩を挙げることができる。

**【0011】**

四級アンモニウム塩などの相間移動触媒は、2, 7-ジブロモフルオレンの酸化反応の触媒として作用するものであり、その使用量は、原料として用いる2, 7-ジブロモフルオレン1モル当たり0.1~20g、好ましくは1~10gである。四級アンモニウム塩などの相間移動触媒の使用形態については特に限定はなく、例えば、取り扱い上、必要とあれば、水溶液またはアルコール溶液の形で使用してもよい。

**【0 0 1 2】**

四級アンモニウム塩とともに、アルカリ水溶液を用い、四級アンモニウム塩とアルカリ水溶液との存在下で 2, 7-ジブロモフルオレンを酸化する必要がある。本発明において用いるアルカリ水溶液としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウムなどのアルカリ金属またはアルカリ土類金属の水酸化物の水溶液を挙げることができる。そして、高濃度の水溶液、具体的には 3 0 ~ 5 0 質量%の水溶液として用いるのが良く、さらに 3 5 ~ 4 8 質量%であることが望ましい。アルカリ水溶液の使用量は 2, 7-ジブロモフルオレン 1 モルに対して 0. 1 ~ 1 0 0 当量、好ましくは 1 ~ 5 0 当量とする。このアルカリ水溶液中には、前記の触媒が溶解されており、後述するように反応終了後は、水不溶性有機溶媒相から分液され、触媒を含むアルカリ溶液として再使用可能である。

**【0 0 1 3】**

本発明において用いることができる有機溶媒として、トルエン、エチルベンゼン、芳香族アミン、クロロホルム、スワゾール 1 5 0 0 (丸善石油化学 (株) 製品)、カクタスソルベント P-1 5 0 (日鉱石油化学 (株) 製品) などの商品名で知られる高沸点芳香族炭化水素溶媒などが挙げられる。これらの溶媒は水に不溶な溶媒であるが、2, 7-ジブロモフルオレンを溶解すること、および反応液から溶媒を回収するなどの経済性の点から好ましく、さらに作業性の点から、トルエン、エチルベンゼンなどが好ましい。溶媒の使用量は、2, 7-ジブロモフルオレン 1 モル当たり 5 0 0 ~ 5, 0 0 0 c c とするのが良く、さらに好ましくは 1, 0 0 0 ~ 4, 0 0 0 c c とする。

**【0 0 1 4】**

分子状酸素含有ガスによる 2, 7-ジブロモフルオレンの液相酸化は、例えば、2, 7-ジブロモフルオレン、四級アンモニウム塩および有機溶媒などを含有する反応系に、分子状酸素ガスを流通させることによって行うことができる。この場合、分子状酸素ガスの流量は、触媒、温度および反応温度などによって異なるが、通常、原料として用いる 2, 7-ジブロモフルオレン 1 モル当たり、5 0 0 ~ 6, 0 0 0 N m l / m i n、好ましくは 1, 0 0 0 ~ 5, 0 0 0 N m l / m i n とする (N m l / m i n は 2 5 ℃、1 気圧の条件で流す単位時間当りの気体



量を意味する。)。また、2, 7-ジブロモフルオレン、四級アンモニウム塩および有機溶媒などとともに、分子状酸素含有ガスを回分式のオートクレーブに張り込んで反応させることもできる。なお、本発明で用いる分子状酸素含有ガスは、酸素分子を含有するガスであれば特に限定されるものではなく、例えば、空気および酸素ガス並びにこれらとアルゴンガス、窒素ガスなどの不活性ガスとの混合ガスを挙げることができる。

#### 【0015】

分子状酸素含有ガスによる2, 7-ジブロモフルオレンの液相酸化の反応温度は、35～100℃、好ましくは40～70℃とする。反応圧力は特に限定されるものではなく、常圧でも充分である。

#### 【0016】

2, 7-ジブロモフルオレンの液相酸化によって得られる2, 7-ジブロモフルオレノンの反応溶液を、必要に応じて、酸洗浄または水洗浄した後、用いた有機溶媒を蒸発させるなどして除去することによって、2, 7-ジブロモフルオレノンを回収することができる。そして、得られた2, 7-ジブロモフルオレノン（粗2, 7-ジブロモフルオレノン）を、さらに芳香族炭化水素、アミド、ケトン、エステル類などを用いて再結晶し、回収することができる。再結晶溶剤としては好ましくはトルエン、N, N'-ジメチルホルムアミド、アセトン、テトラヒドロフラン、酢酸エチルなどが挙げられる。これらの溶媒は単独で用いてもよいし、混合して用いることもできる。

#### 【0017】

触媒として用いた四級アンモニウム塩は、反応液の酸洗浄または水洗浄によって、水相側に、また、再結晶によっては、再結晶溶媒中に除去される。なお、触媒として用いた四級アンモニウム塩は、一般の固体酸やイオン交換樹脂などを用いて吸着分離させることによっても、除去することができる。

#### 【0018】

#### 【実施例】

以下に、実施例を挙げ、本発明をさらに詳細に説明する。但し、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。なお、実施例において、「%」は特に

指定しない限り質量％である。

### 【0019】

#### (実施例1)

攪拌器、分子状酸素含有ガス（空気）吹き込み管および排ガス管（冷却器付き）を備えた300ml三つ口フラスコに、2,7-ジブロモフルオレン9.29g（0.029モル）を加え、トルエン100gで溶解し、テトラアンモニウムブロマイド0.24gと48%水酸化ナトリウム水溶液2.66gを加えた後、空気を0.1リットル/minの流量で導入しながら、60℃で2時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらにpH=7になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2,7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の2,7-ジブロモフルオレンの含有量は0%であった。この粗結晶をN,N'-ジメチルホルムアミド15gで再結晶することで、黄色結晶の2,7-ジブロモフルオレノン8.31gを得た。

純度99.3%、収率90.2%、融点206℃（ガスクロマトグラフ分析法：カラムはDB-5を使用した）

### 【0020】

#### (実施例2)

攪拌器、分子状酸素含有ガス（空気）吹き込み管および排ガス管（冷却器付き）を備えた300ml三つ口フラスコに、2,7-ジブロモフルオレン9.30g（0.029モル）を加え、カクタスソルベントP-150（日鉱石油化学（株）製品）100gで溶解し、テトラアンモニウムブロマイド0.24gと48%水酸化ナトリウム水溶液2.66gを加えた後、空気を0.1リットル/minの流量で導入しながら、60℃で2時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後カクタスソルベントP-150層を分取し、酸洗浄、さらにpH=7になるまで水洗浄を行った。その後カクタスソルベントP-150を留去し、2,7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の2,7-ジブロモフルオレンの含有量は0%であった。この粗結晶をN,N'-ジメチルホルムアミド15gで再結晶することで、黄色結晶の2,7-ジブロモフルオレ

ノン 7. 67 g を得た。

純度 99. 1 %、収率 83. 2 %、融点 206 °C (ガスクロマトグラフ分析法: カラムは DB-5 を使用した)

#### 【0021】

(実施例 3)

攪拌器、分子状酸素含有ガス (空気) 吹き込み管および排ガス管 (冷却器付き) を備えた 300 ml 三つ口フラスコに、2, 7-ジブロモフルオレン 9. 30 g (0. 029 モル) を加え、トルエン 100 g で溶解し、テトラアンモニウムクロライド 0. 21 g と 48 % 水酸化ナトリウム水溶液 2. 66 g を加えた後、空気を 0. 1 リットル/min の流量で導入しながら、60 °C で 2 時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらに pH = 7 になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の 2, 7-ジブロモフルオレンの含有量は 0 % であった。この粗結晶を N, N'-ジメチルホルムアミド 15 g で再結晶することで、黄色結晶の 2, 7-ジブロモフルオレン 8. 06 g を得た。

純度 99. 1 %、収率 87. 4 %、融点 206 °C (ガスクロマトグラフ分析法: カラムは DB-5 を使用した)

#### 【0022】

(実施例 4)

攪拌器、分子状酸素含有ガス (空気) 吹き込み管および排ガス管 (冷却器付き) を備えた 300 ml 三つ口フラスコに、2, 7-ジブロモフルオレン 9. 30 g (0. 029 モル) を加え、トルエン 100 g で溶解し、25 % テトラアンモニウムヒドロオキシド水溶液 0. 77 g と 48 % 水酸化ナトリウム水溶液 2. 66 g を加えた後、空気を 0. 1 リットル/min の流量で導入しながら、60 °C で 3 時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらに pH = 7 になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の 2, 7-ジブロモフルオレンの含有量は 0 % であった。この粗結晶を N, N'-ジ

メチルホルムアミド 15 g で再結晶することで、黄色結晶の 2, 7-ジブロモフルオレノン 8.26 g を得た。

純度 99.1%、収率 89.6%、融点 206℃（ガスクロマトグラフ分析法：カラムは DB-5 を使用した）

#### 【0023】

（実施例 5）

攪拌器、分子状酸素含有ガス（空気）吹き込み管および排ガス管（冷却器付き）を備えた 300 ml 三つ口フラスコに、2, 7-ジブロモフルオレン 9.30 g（0.029 モル）を加え、トルエン 100 g で溶解し、テトラアンモニウムブロマイド 0.24 g と 48% 水酸化ナトリウム水溶液 2.66 g を加えた後、空気を 0.1 リットル/min の流量で導入しながら、60℃ で 2 時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらに pH = 7 になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の 2, 7-ジブロモフルオレンの含有量は 0% であった。この粗結晶をアセトンおよびトルエンの 1:1（質量比）混合液 150 g で再結晶することで、黄色結晶の 2, 7-ジブロモフルオレノン 7.14 g を得た。

純度 99.2%、収率 77.5%、融点 206℃（ガスクロマトグラフ分析法：カラムは DB-5 を使用した）

#### 【0024】

（実施例 6）

攪拌器、分子状酸素含有ガス（空気）吹き込み管および排ガス管（冷却器付き）を備えた 300 ml 三つ口フラスコに、2, 7-ジブロモフルオレン 9.30 g（0.029 モル）を加え、トルエン 100 g で溶解し、テトラアンモニウムブロマイド 0.24 g と 48% 水酸化ナトリウム水溶液 2.66 g を加えた後、空気を 0.2 リットル/min の流量で導入しながら、60℃ で 2 時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらに pH = 7 になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の 2, 7-ジブロモフルオ

レンの含有量は0%であった。この粗結晶をN, N'-ジメチルホルムアミド15 gで再結晶することで、黄色結晶の2, 7-ジブロモフルオレノン7.86 gを得た。

純度99.0%、収率85.3%、融点206℃（ガスクロマトグラフ分析法：カラムはDB-5を使用した）

#### 【0025】

##### （実施例7）

攪拌器、分子状酸素含有ガス（空気）吹き込み管および排ガス管（冷却器付き）を備えた300ml三つ口フラスコに、2, 7-ジブロモフルオレン9.30 g（0.029モル）を加え、トルエン100 gで溶解し、テトラアンモニウムブロマイド0.24 gと35%水酸化ナトリウム水溶液2.66 gを加えた後、空気を0.1リットル/minの流量で導入しながら、60℃で2時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらにpH=7になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の2, 7-ジブロモフルオレンの含有量は0%であった。この粗結晶をN, N'-ジメチルホルムアミド15 gで再結晶することで、黄色結晶の2, 7-ジブロモフルオレノン7.79 gを得た。

純度99.5%、収率84.5%、融点206℃（ガスクロマトグラフ分析法：カラムはDB-5を使用した）

#### 【0026】

##### （実施例8）

攪拌器、分子状酸素含有ガス（空気）吹き込み管および排ガス管（冷却器付き）を備えた300ml三つ口フラスコに、2, 7-ジブロモフルオレン9.30 g（0.029モル）を加え、トルエン100 gで溶解し、テトラアンモニウムブロマイド0.24 gと48%水酸化ナトリウム水溶液2.66 gを加えた後、空気を0.1リットル/minの流量で導入しながら、40℃で5時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらにpH=7になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2, 7-ジブロモフ

ルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の 2, 7-ジブロモフルオレンの含有量は 0%であった。この粗結晶を N, N'-ジメチルホルムアミド 15 g で再結晶することで、黄色結晶の 2, 7-ジブロモフルオレノン 7.83 g を得た。

純度 99.2%、収率 84.9%、融点 206℃（ガスクロマトグラフ分析法：カラムは DB-5 を使用した）

#### 【0027】

（実施例 9）

攪拌器、分子状酸素含有ガス（空気）吹き込み管および排ガス管（冷却器付き）を備えた 300 ml 三つ口フラスコに、2, 7-ジブロモフルオレン 9.30 g（0.029 モル）を加え、トルエン 100 g で溶解し、テトラアンモニウムブロマイド 0.08 g と 35% 水酸化ナトリウム水溶液 2.66 g を加えた後、空気を 0.1 リットル/min の流量で導入しながら、60℃ で 6 時間激しく攪拌した。攪拌を終了して、静置した後トルエン層を分取し、酸洗浄、さらに pH = 7 になるまで水洗浄を行った。その後トルエンを留去し、2, 7-ジブロモフルオレノンの粗結晶を回収した。このときの粗結晶中の 2, 7-ジブロモフルオレンの含有量は 0%であった。この粗結晶を N, N'-ジメチルホルムアミド 15 g で再結晶することで、黄色結晶の 2, 7-ジブロモフルオレノン 7.91 g を得た。

純度 99.0%、収率 85.8%、融点 206℃（ガスクロマトグラフ分析法：カラムは DB-5 を使用した）

#### 【0028】

【発明の効果】

本発明によれば、工業的に経済的な方法によって高収率でかつ短時間で 2, 7-ジブロモフルオレノンを製造できる。また、酸化反応後、分液して得られるアルカリ水溶液を特に濃縮などの処理を加えることなく、繰り返し使用できるので、生産性が向上するとともに、触媒の四級アンモニウム塩の消耗を抑えることができる。さらに、水不溶性の有機溶媒を用いるため、水との分液も短時間で終了し、溶媒の回収を蒸留で行うことができるので、これからも生産性が向上できる

。さらに、本発明によって製造した 2, 7-ジブロモフルオレノンを経再結晶操作することにより、高純度の精製 2, 7-ジブロモフルオレノンを得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 工業的に経済的な 2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法を提供すること。

【解決手段】 苛性アルカリ水溶液と水不溶性有機溶媒からなる不均一系混合溶媒中で、四級アンモニウム塩などの相間移動触媒の存在下、2, 7-ジブロモフルオレン含有原料を分子状酸素で酸化することを特徴とする 2, 7-ジブロモフルオレノンの製造方法。

【選択図】 なし



特願 2 0 0 2 - 2 7 7 3 3 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 5 9 1 0 6 7 7 9 4 ]

1. 変更年月日 1 9 9 5 年 8 月 2 5 日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 東京都千代田区九段北四丁目 1 番 3 号  
氏 名 アドケムコ株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 3 年 4 月 8 日  
[変更理由] 名称変更  
住所変更  
住 所 東京都台東区蔵前二丁目 1 7 番 4 号  
氏 名 J F E ケ ミ カ ル 株 式 会 社